

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 602 565**

51 Int. Cl.:

C30B 29/36 (2006.01)

C30B 23/00 (2006.01)

H01L 21/02 (2006.01)

H01L 21/04 (2006.01)

H01L 29/66 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.01.2009 PCT/JP2009/050786**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.07.2009 WO09091067**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.01.2009 E 09702431 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.10.2016 EP 2230332**

54 Título: **Lingote de carburo de silicio monocristalino, y sustrato y oblea epitaxial obtenidos a partir del lingote de carburo de silicio monocristalino**

30 Prioridad:

15.01.2008 JP 2008005950

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

21.02.2017

73 Titular/es:

**NIPPON STEEL & SUMITOMO METAL CORPORATION (100.0%)
6-1, Marunouchi 2-chome, Chiyoda-ku
Tokyo 100-8071, JP**

72 Inventor/es:

**OHTANI, NOBORU;
KATSUNO, MASAKAZU;
TSUGE, HIROSHI;
NAKABAYASHI, MASASHI y
FUJIMOTO, TATSUO**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 602 565 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Lingote de carburo de silicio monocristalino, y sustrato y oblea epitaxial obtenidos a partir del lingote de carburo de silicio monocristalino

Campo técnico

- 5 Esta invención se refiere a un lingote de carburo de silicio monocristalino, y a un sustrato y oblea epitaxial obtenidos a partir del mismo, particularmente a un lingote grande monocristalino, y a un sustrato y oblea epitaxial obtenidos a partir del mismo, que son de buena calidad adecuada para una oblea sustrato de un dispositivo electrónico.

Antecedentes de la técnica

- 10 Debido a sus propiedades físicas y químicas sobresalientes, que incluyen excelentes resistencias térmica, mecánica y a la radiación, el carburo de silicio (SiC) ha atraído la atención como un material semiconductor medioambientalmente fuerte. Por otra parte, en los últimos años se ha visto un aumento de la demanda de sustratos de SiC monocristalino para usar como obleas sustrato en dispositivos ópticos de longitudes de onda cortas en la región espectral del azul al UV, dispositivos electrónicos de alta frecuencia, dispositivos electrónicos de alta tensión de ruptura y similares. Sin embargo, aún no se ha establecido ninguna tecnología de crecimiento de cristales que permita un suministro fiable a escala industrial de SiC monocristalino de gran área de alta calidad. Por lo tanto, la utilización práctica de SiC ha estado impedida a pesar de sus muchos méritos y de su alto potencial.

- 15 Hasta ahora, el SiC monocristalino de un tamaño utilizable para la fabricación de dispositivos semiconductores se ha obtenido a escala industrial usando, por ejemplo, el procedimiento de recristalización por sublimación (procedimiento Lely). Sin embargo, el monocristal obtenido por este método es de pequeña área, y sus dimensiones y forma son difíciles de controlar. Por otra parte, el control del politipo de cristal y de la concentración del vehículo dopante del SiC tampoco es fácil. Por otra parte, se está produciendo SiC monocristalino cúbico mediante crecimiento heteroepitaxial, es decir, crecimiento sobre un sustrato de un tipo diferente como silicio (Si), usando deposición química en fase de vapor (CVD). Aunque mediante este procedimiento puede obtenerse un monocristal de gran área, el SiC monocristalino de alta calidad es difícil de producir porque el aproximadamente 20% de desajuste de red entre el SiC y el sustrato causa la fácil aparición de fallos de apilamiento y defectos en el cristal.

- 20 El procedimiento de Lely modificado, el cual lleva a cabo una recristalización por sublimación usando un sustrato de SiC monocristalino como semilla, se desarrolló para superar estos problemas (Yu. M. Tairov y F. Tsvetkov, Journal of Crystal Growth, vol. 52 (1981) pp. 146-150). El procedimiento de Lely modificado está en uso en muchas instituciones de investigación.

- 30 Debido a su uso como un cristal semilla, el procedimiento puede controlar el procedimiento de nucleación del cristal y, controlando la presión ambiente del gas inerte en alrededor de 100 Pa a 15 kPa, puede controlar la velocidad de crecimiento y parámetros similares con buena reproducibilidad.

- 35 El principio del procedimiento de Lely modificado se explicará con referencia a la Fig. 1. El SiC monocristalino usado como cristal semilla y el polvo de SiC monocristalino usado como materia prima se colocan en un crisol (usualmente fabricado de grafito) y se calienta hasta 2000 a 2400°C en una atmósfera de argón u otro gas inerte (133 a 13,3 kPa). Se establece un gradiente de temperatura durante el calentamiento de modo que la temperatura del cristal semilla sea ligeramente menor que la temperatura del polvo materia prima. Debido a su gradiente de concentración (producido por el gradiente de temperatura), la materia prima sublimada es dispersada hacia el y transportada al cristal semilla. El crecimiento del monocristal se produce cuando el gas materia prima que alcanza el cristal semilla recristaliza sobre el cristal semilla. La resistividad del cristal puede controlarse durante el crecimiento añadiendo un gas dopante a la atmósfera de gas inerte o mezclando un elemento dopante o un compuesto del mismo al polvo materia prima de SiC. Las impurezas sustitutivas típicas usadas para dopar SiC monocristalino incluyen nitrógeno (tipo n), boro (tipo p) y aluminio (tipo p). El procedimiento de Lely modificado hace posible que el SiC monocristalino crezca mientras se controla su politipo (6H, 4H, 15R y otros politipos), forma, y tipo de soporte y concentración.

- 45 Actualmente, se están produciendo sustratos de SiC monocristalino de 50,8 mm a 76,2 mm mediante el procedimiento de Lely modificado y se usan en el crecimiento de películas epitaxiales y en la fabricación de dispositivos. Sin embargo, la fabricación de dispositivos de alta resolución ha estado impedida por la presencia de dislocaciones (defectos en el cristal semejantes a líneas) en los sustratos de SiC monocristalino en la tasa de varias decenas de miles a varios millones por centímetro cuadrado. La reducción de las dislocaciones en el plano basal presentes en el plano basal (0001) es particularmente deseable porque se sabe que degradan la fiabilidad de los dispositivos de SiC.

- 50 Se ha informado que las dislocaciones en el plano basal se producen y proliferan como resultado del estrés térmico sostenido por el cristal durante el crecimiento. Durante el crecimiento del cristal, el estrés térmico que actúa sobre las dislocaciones en el plano basal introducidas en el SiC monocristalino provoca que se deslicen, y el deslizamiento promueve la aparición de dislocaciones del tipo Frank-Read (S. Ha, G. S. Rohrer, M. Skowronski, V. D. Heydemann, and D. W. Snyder, Material Science and Forum, Vols. 338-342 (2000) p. 67-70, y N. Ohtani, M. Katsuno, H. Tsuge,

T. Fujimoto, M. Nakabayashi, H. Yashiro, M. Sawamura, T. Aigo, and H. Hoshino, Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 45 (2006) p. 1738-1742). La proliferación de estas dislocaciones en el plano basal aumenta mucho la densidad de dislocaciones en el plano basal en el SiC monocristalino. La densidad de picaduras por decapado atribuible a dislocaciones en el plano basal medida en el sustrato de SiC monocristalino a un ángulo de 8° fuera del plano (0001) del Si está ordinariamente muy por encima de $1 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$.

El documento JP 2007/320790 A describe un método para producir un monocristal de carburo de silicio, que comprende hacer crecer un monocristal de carburo de silicio en masa sobre un cristal semilla, teniendo el monocristal de carburo de silicio poca variación en la concentración en todo el lingote y teniendo una excelente uniformidad utilizando, como un método de adición de un elemento donante y un elemento aceptante, un método que usa una fuente de gas que contiene cada elemento o un método que usa un polvo materia prima de SiC que contiene el elemento aceptante y que tiene un área superficial específica de $\leq 0,1 \text{ m}^2/\text{g}$ en una atmósfera de gas mixta que contiene nitrógeno.

El documento JP 10-182296 A describe un método para producir un monocristal de carburo de silicio por el método de recristalización por sublimación usando cristales semilla en una atmósfera de crecimiento que contiene una alta concentración de impurezas, mediante lo cual se obtiene un monocristal de carburo de silicio que tiene pocos defectos tipo microtubos.

El documento JP 9-157092 A describe un lingote monocristal de carburo de silicio que comprende una sección de cristal semilla, una sección capa amortiguadora que contiene una impureza a 1/20 del límite de la disolución sólida para controlar la generación de defectos tipo microtubos y una parte cuerpo en la cual se controlan a deseo el polimorfismo cristalino y la concentración de impurezas.

Takahashi et al. describieron el crecimiento por sublimación de monocristales de SiC 6H y 4H por el método de Lely modificado y examinaron las propiedades de transporte de los cristales en las direcciones paralela y perpendicular del plano basal [0001] mediante medidas de van der Pauw y de la barra de resistencia usando muestras orientadas 5° hacia fuera de [0001] (Takahashi J. et al. Journal of Crystal Growth, vol. 181 (1997) p. 229-240).

Sumario de la invención

Como se ha puesto de manifiesto en lo precedente, las dislocaciones en el plano basal aparecen en el deslizamiento del SiC monocristalino debido al estrés térmico que actúa sobre ellas durante el crecimiento del monocristal, y este deslizamiento aumenta la densidad de las dislocaciones en el plano basal. La reducción del estrés térmico que actúa sobre el cristal durante el crecimiento es por lo tanto necesaria para reducir la aparición de dislocaciones en el plano basal en el SiC monocristalino. Aunque varias innovaciones y mejoras se han centrado en minimizar el estrés térmico, el grado de minimización posible está limitado en un sistema que utiliza un gradiente térmico para impulsar el crecimiento del cristal.

La presente invención se hizo a la luz de estas circunstancias y está dirigida a proporcionar un lingote de carburo de silicio monocristalino capaz de proporcionar un sustrato de buena calidad con pocas dislocaciones en el plano basal, y un sustrato y oblea epitaxial obtenidos a partir del mismo

La presente invención proporciona:

- (1) Un lingote de carburo de silicio monocristalino que comprende carburo de silicio (SiC) monocristalino que contiene una impureza del tipo donante en una concentración de $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $6 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ y una impureza del tipo aceptante en una concentración de $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $5,99 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ y donde la concentración de la impureza del tipo donante es mayor que la concentración de la impureza del tipo aceptante y la diferencia es $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $5,99 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$.
- (2) Un lingote de carburo de silicio monocristalino según (1), donde la diferencia entre la concentración de la impureza del tipo donante y la concentración de la impureza del tipo aceptante es $6 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $5,99 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$.
- (3) Un lingote de carburo de silicio monocristalino según (1) o (2), donde el polimorfo cristalino del SiC monocristalino es 4H.
- (4) Un lingote de SiC monocristalino según cualquiera de (1) a (3), donde la impureza del tipo donante es nitrógeno.
- (5) Un lingote de SiC monocristalino según cualquiera de (1) a (4), donde la impureza del tipo aceptante es boro.
- (6) Un lingote de SiC monocristalino según cualquiera de (1) a (4), donde la impureza del tipo aceptante es aluminio.
- (7) Un lingote de SiC monocristalino según cualquiera de (1) a (6), donde el diámetro del lingote es 50 mm a 300 mm.

- (8) Un lingote de SiC monocristalino según cualquiera de (1) a (7), donde la densidad de picaduras por decapado causada por dislocaciones en el plano basal medidas en un sustrato de SiC monocristalino cortado del lingote en un ángulo de 8° fuera del plano (0001) del Si y pulido es $1 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ o menos.
- 5 (9) Un lingote de SiC monocristalino según cualquiera de (1) a (7), donde la densidad de picaduras por decapado causada por dislocaciones en el plano basal medidas en un sustrato de SiC monocristalino cortado del lingote en un ángulo de 8° fuera del plano (0001) del Si y pulido es $5 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$ o menos.
- (10) Un sustrato de SiC monocristalino cortado de un lingote de SiC monocristalino según cualquiera de (1) a (7) y pulido.
- 10 (11) Una oblea epitaxial de SiC obtenida haciendo crecer epitaxialmente una película de SiC sobre el sustrato de SiC monocristalino de (10).
- (12) Una oblea epitaxial de SiC obtenida haciendo crecer epitaxialmente nitruro de galio (GaN), nitruro de aluminio (AlN), nitruro de indio (InN) o uno de sus cristales mixtos sobre el sustrato de SiC monocristalino de (10).

Breve descripción de los dibujos

15 La fig. 1 es un diagrama para explicar el principio del procedimiento de Lely modificado.

La fig. 2 es un diagrama de bloques que muestra un ejemplo de un aparato para hacer crecer monocristales en el método de producir un lingote de carburo de silicio monocristalino según la presente invención.

El mejor modo de llevar a cabo la invención

20 El sustrato de SiC monocristalino del lingote de SiC monocristalino de la invención contiene una impureza del tipo donante en una concentración de $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $6 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ y una impureza del tipo aceptante en una concentración de $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $5,99 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, la concentración de la impureza del tipo donante es mayor que la concentración de la impureza del tipo aceptante y la diferencia es $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $5,99 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$. Como resultado, puede reducirse el número de defectos por dislocaciones en el SiC monocristalino.

25 En primer lugar se explicará el método de producir el lingote de SiC monocristalino de la presente invención. En el método de producir el lingote de SiC monocristalino de la presente invención se produce un lingote monocristalino de SiC en masa haciendo crecer SiC monocristalino sobre un cristal semilla compuesto de SiC monocristalino, por un procedimiento que hace crecer un monocristal de carburo de silicio el cual contiene una impureza del tipo donante en una concentración de $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $6 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ y una impureza del tipo aceptante en una concentración de $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $5,99 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, y donde la concentración de la impureza del tipo donante es mayor que la concentración de la impureza del tipo aceptante y la diferencia es $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $5,99 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$. Los inventores llevaron a cabo numerosos experimentos de crecimiento de cristales por medio de los cuales descubrieron que la densidad de dislocaciones en el plano basal del SiC monocristalino de baja resistividad se reduce notablemente cuando el crecimiento del cristal se lleva a cabo para controlar la concentración de impureza del tipo donante y la concentración de impureza del tipo aceptante en estas concentraciones prescritas.

35 El mecanismo mediante el cual puede reducirse la densidad de dislocaciones en el plano basal se trata en lo que sigue.

40 La densidad de dislocaciones en el plano basal se convierte en alta durante el crecimiento del SiC monocristalino porque, como se señaló en lo precedente, las dislocaciones experimentan un deslizamiento que aumenta la aparición de dislocaciones del tipo Frank-Read. Este deslizamiento de las dislocaciones está impulsado por el estrés térmico que actúa sobre el SiC monocristalino durante el crecimiento. Sin embargo, como se mencionó anteriormente, hay un límite de hasta dónde puede reducirse el estrés térmico.

45 Los inventores estudiaron cómo controlar el deslizamiento de las dislocaciones mediante un método diferente de la reducción del estrés térmico. Un método usado para inhibir el deslizamiento de las dislocaciones en un cristal metálico es añadir una impureza al cristal que clava (inmoviliza) las dislocaciones. Por lo tanto, los inventores investigaron si el nitrógeno, una impureza del tipo donante normalmente añadida al SiC monocristalino para disminuir la resistividad, exhibía tal actividad inmovilizante. Sin embargo, no se observó ningún efecto de inhibición del deslizamiento de las dislocaciones cuando la cantidad de nitrógeno añadida fue $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ o mayor.

50 A continuación, los inventores llevaron a cabo un estudio sobre la base de numerosos experimentos para determinar si cualquier otra impureza tenía tal efecto. Como resultado, aprendieron que la impureza con propiedad eléctrica tipo aceptante presente en el carburo de silicio monocristalino exhibe tal actividad. Se encontró que particularmente el boro, aluminio y otras impurezas tipo aceptante que forman niveles aceptantes relativamente superficiales exhiben un pronunciado efecto inmovilizante. La profundidad de los niveles de tal impureza del tipo aceptante es preferiblemente alrededor de 500 mV o menos, de modo que, además del boro y del aluminio, el galio, el berilio y elementos similares también son candidatos. Cuando se añade tal impureza del tipo aceptante al carburo de silicio

monocristalino en una concentración de $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ o mayor, puede inhibirse el deslizamiento de las dislocaciones del plano basal, permitiendo de este modo la producción de un cristal con una baja densidad de dislocaciones. Sin embargo, cuando se añade mucho de esta impureza del tipo aceptante, la resistividad eléctrica del SiC monocristalino se convierte en relativamente alta (aproximadamente 1Ω o mayor), de modo que es imposible obtener SiC monocristalino de baja resistividad (aproximadamente $0,1 \Omega$ o menor) útil para dispositivos de potencia y similares.

En la presente invención, este problema se supera haciendo la concentración de la impureza del tipo donante añadida al SiC monocristalino mayor que la concentración de la impureza del tipo aceptante. La adición de la impureza del tipo aceptante hasta una concentración de $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ o mayor inhibe el deslizamiento de las dislocaciones del plano basal en el SiC monocristalino y, junto con la simultánea adición de más impureza del tipo donante que impureza del tipo aceptante y hacer la diferencia $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $5,99 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, permite la producción de un lingote de SiC monocristalino que tiene una baja resistividad ($0,1 \Omega$ o menor) y también una baja densidad de dislocaciones en el plano basal. El nitrógeno es la impureza del tipo donante preferida debido a su buena activación, facilidad de manejo y simplicidad del método de adición, pero también se pueden usar impurezas del tipo donante diferentes del nitrógeno, tales como fósforo y arsénico.

El lingote de SiC monocristalino que tiene la concentración de la impureza del tipo donante y la concentración de la impureza del tipo aceptante anteriormente dichas puede hacerse usando varios métodos de adición de impurezas. Por ejemplo, la impureza puede añadirse como un gas suministrado durante el crecimiento del cristal o puede añadirse como un sólido (polvo elemental o mixto) mezclado de antemano con el material de SiC en polvo. En estos casos, la concentración de impureza deseada puede conseguirse regulando el caudal gaseoso de impureza o la cantidad añadida de impureza sólida (polvo).

La concentración de la impureza del tipo aceptante se especifica como $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $5,99 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$. Cuando la concentración de la impureza del tipo aceptante es menor que $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$, la impureza no exhibe ningún efecto inmovilizante de las dislocaciones. Cuando supera $5,99 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$, no puede obtenerse SiC monocristalino de baja resistividad.

La concentración de la impureza del tipo donante se especifica como $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $6 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$. Cuando la concentración de la impureza del tipo donante es menor que $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$, no puede obtenerse SiC monocristalino de baja resistividad. Cuando supera $6 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$, la cristalinidad del SiC monocristalino se degrada porque la impureza del tipo donante supera su límite de solubilidad en el sólido.

La diferencia de concentraciones entre la impureza del tipo donante y la impureza del tipo aceptante se especifica como $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $5,99 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, y preferiblemente como $6 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $5,99 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$. Cuando la diferencia de concentraciones entre la impureza del tipo donante y la impureza del tipo aceptante es menor que $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$, no puede obtenerse SiC monocristalino de baja resistividad. Cuando supera $5,99 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$, el efecto inmovilizante de las dislocaciones es inadecuado y se produce la degradación de la cristalinidad. Cuando la diferencia de concentraciones entre la impureza del tipo donante y la impureza del tipo aceptante se hace $6 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ o mayor, la resistividad del SiC monocristalino es $0,04 \Omega$ o menos, lo cual es ideal para un dispositivo de SiC en polvo cuyo sustrato conduce la electricidad.

El politipo del SiC monocristalino puede ser cúbico (3C), hexagonal (6H, ó 4H), o romboédrico (15R), por ejemplo. Entre éstos, los cristales de los politipos hexagonales 6H y 4H son los mejores para aplicaciones de dispositivos en polvo debido al tamaño de las anchuras de sus bandas prohibidas, entre otras propiedades, y han sido usados para producir muchos dispositivos hasta ahora. Sin embargo, recientemente se encontró que la movilidad electrónica del SiC monocristalino del politipo 4H es más que dos veces la del politipo 6H, y esto, más el hecho de que la anisotropía de su conductividad eléctrica es más pequeña, ha llevado a que casi todos los dispositivos de SiC en polvo se produzcan actualmente usando sustratos de SiC monocristalino del politipo 4H.

Cuando el lingote de SiC monocristalino de la presente invención tiene un diámetro de 50 mm a 300 mm, la producción de varios dispositivos usando sustratos obtenidos a partir del lingote puede llevarse a cabo usando una línea de producción ya establecida industrialmente para sustratos semiconductores convencionales (por ej., Si, GaAs), y como tal, es adecuado para la producción en masa.

Por otra parte, la densidad de dislocaciones en el plano basal de un sustrato cortado de tal lingote de SiC monocristalino y pulido, evaluada en términos de la densidad de picaduras por decapado para un sustrato con un ángulo de 8° fuera del plano (0001) del Si, fue $1 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ o menos, el cual es un valor bajo que hace posible aumentar la fiabilidad de un dispositivo fabricado sobre el sustrato.

La razón de evaluar la densidad de dislocaciones en el plano basal en términos de la densidad de picaduras por decapado de un ángulo hacia fuera del sustrato es que la densidad de dislocaciones en el plano basal es difícil de evaluar usando un sustrato sin ningún ángulo hacia fuera porque las dislocaciones en el plano basal y la superficie del sustrato no se cortan. La razón de definir el ángulo hacia fuera del sustrato como 8° del plano (0001) del Si es que, en general, en la etapa de crecimiento homoepitaxial del SiC, que es el siguiente procedimiento en la producción del sustrato, se usa un sustrato con un ángulo de 8° hacia fuera en la dirección (11-20).

En el crecimiento homoepitaxial del SiC, al sustrato se le imparte un ángulo hacia fuera de 8° porque el crecimiento estable en flujo progresivo que hereda el polítipo del sustrato subyacente puede conseguirse sobre un sustrato con un ángulo hacia fuera. Pero el ángulo hacia fuera del sustrato no está limitado a 8° y puede conseguirse un crecimiento homoepitaxial del SiC de buena calidad en tanto y cuanto el ángulo hacia fuera esté en el intervalo aproximado de 1° a 12°.

El efecto de la reducción de las dislocaciones en el plano basal de la presente invención, es decir el de la densidad de las picaduras por decapado correspondientes a las dislocaciones en el plano basal que se reduce a $1 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ o menos, se manifiesta más fuertemente en un cristal de gran diámetro, por ej., un monocristal de SiC de 100 mm de diámetro o mayor. Esto es porque la distribución de temperatura se produce más fácilmente y el estrés térmico aumenta en proporción cuando el diámetro del SiC monocristalino producido es mayor.

Puesto que el sustrato de SiC monocristalino producido según la presente invención tiene una baja densidad de dislocaciones en el plano basal de $1 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ o menos, es menos probable que provoque degradación de las propiedades del dispositivo, y otros problemas atribuibles a las dislocaciones en el plano basal, que los sustratos convencionales. Por otra parte, una oblea epitaxial de SiC monocristalino fabricada haciendo crecer una película epitaxial de alrededor de 0,1 a 500 μm sobre este sustrato de SiC monocristalino por un procedimiento CVD o semejante, particularmente una oblea homoepitaxial formada con una película de SiC o una oblea epitaxial formada con una película de GaN, AlN, InN o uno de sus cristales mixtos, exhibe excelente propiedades (morfología de la superficie de la película epitaxial, tensión de ruptura, etc.) porque la densidad de dislocaciones del sustrato de SiC monocristalino que constituye la oblea sustrato es pequeña.

La morfología de la superficie de la oblea epitaxial es una propiedad importante de las obleas epitaxiales que directamente afecta al funcionamiento del dispositivo fabricado sobre las mismas. Una mala morfología de la superficie, tal como cuando están presentes picaduras o daños similares sobre la superficie de la película epitaxial o la superficie no es lisa, impide la fabricación de dispositivos de alto rendimiento degradando las propiedades interfaciales en el dispositivo semiconductor, específicamente las propiedades de la interfase metal-semiconductor y de la interfase película aislante-semiconductor. Por otra parte, la morfología de la superficie de una película epitaxial es fácilmente afectada por la densidad de dislocaciones del sustrato subyacente, de modo que la morfología de la superficie de una película epitaxial sobre un sustrato con alta densidad de dislocaciones tiende a ser inferior.

Ejemplos

Ejemplos de la presente invención y ejemplos comparativos se muestran en lo que sigue.

Ejemplo 1

La Fig. 2 muestra un aparato para producir el lingote de SiC monocristalino de la presente invención, el cual es un ejemplo de un aparato para hacer crecer SiC monocristalino mediante el procedimiento de Lely modificado usando un cristal semilla.

En primer lugar, se explicará brevemente este aparato para hacer crecer monocristales. El crecimiento del cristal se lleva a cabo sublimando el polvo 2 de SiC materia prima y recristalizándolo sobre el SiC monocristalino 1 usado como el cristal semilla.

El SiC monocristalino 1 que constituye el cristal semilla se une a la superficie interna de una tapa 4 de grafito de un crisol 3 de grafito. El polvo 2 de SiC materia prima se carga en el crisol 3 de grafito. El polvo 2 de SiC materia prima se carga en el crisol 3 de grafito. El crisol 3 de grafito así preparado se monta sobre una barra soporte 6 de grafito dentro de un tubo 5 de cuarzo de doble pared. El aislamiento térmico 7 de grafito se instala alrededor del crisol 3 de grafito para formar un escudo térmico. El tubo 5 de cuarzo de doble pared puede evacuarse a un alto vacío (10^{-3} Pa o menos) mediante un sistema 13 de bomba de vacío, y la presión de la atmósfera interna puede controlarse con un gas mixto de Ar y nitrógeno. Al tubo de cuarzo de doble pared se le puede suministrar gas Ar desde un tubo 9 de gas Ar por medio de un controlador 10 de flujo másico de gas Ar y con nitrógeno desde un tubo 11 de gas nitrógeno por medio de un controlador 12 de flujo másico de gas nitrógeno. Alrededor del tubo 5 de cuarzo de doble pared se instala una bobina 8 de trabajo, y el crisol 3 de grafito puede calentarse para calentar a la materia prima y al cristal semilla hasta las temperaturas deseadas pasando una corriente eléctrica de alta frecuencia a través de la bobina 8 de trabajo. Se forman pasos de luz que miden 2 a 4 mm de diámetro en el medio del aislamiento térmico que cubre la parte superior e inferior del crisol, la luz se extrae desde la parte superior e inferior del crisol, y la temperatura del crisol se mide con pirómetros de dos colores. La temperatura del fondo del crisol se trata como la temperatura de la materia prima y la temperatura de la parte superior del crisol trata como la temperatura del cristal semilla.

Ahora se explicará un ejemplo de producción de un monocristal de SiC usando el aparato para el crecimiento de cristales.

En primer lugar, el SiC monocristalino 1 semilla se preparó cortando un sustrato de 1 mm de espesor y 50 mm de diámetro con un ángulo de 4° hacia fuera del plano (0001), de un lingote de SiC monocristalino hecho crecer previamente. El cristal semilla 1 se unió a continuación a la superficie interna de la tapa 4 del crisol 3 de grafito. Se cargó la materia prima 2 en el crisol 3 de grafito. Como polvo 2 de SiC materia prima se usó uno obtenido lavando

con ácido un polvo de SiC monocristalino comercialmente disponible (que contenía, en masa, varias ppm de boro y alrededor de 10 a 20 ppm de aluminio), secando el polvo lavado y a continuación mezclándolo con, en % en masa, 0,26% de B₄C en polvo, un material sólido de boro como impureza del tipo aceptante.

5 A continuación, el crisol 3 de grafito cargado con la materia prima se cerró con la tapa 4 con el cristal semilla unido, se cubrió con el aislamiento térmico 7, se posicionó en la parte superior de la barra soporte 6 de grafito, y se colocó dentro del tubo 5 de cuarzo de doble pared. Una vez se hubo sometido a vacío el interior del tubo 5 de cuarzo de doble pared, se pasó corriente a través de la bobina 8 de trabajo para elevar la temperatura de la materia prima a 2000°C. A continuación, se pasó gas Ar que contenía nitrógeno al 12%, en tanto por ciento en volumen, como gas atmósfera y la temperatura de la materia prima se aumentó hasta la temperatura deseada de 2400°C mientras se mantenía la presión interna del tubo de cuarzo a aproximadamente 80 kPa. La presión se redujo hasta la presión de crecimiento de 1,3 kPa en aproximadamente 30 min y a continuación se continuó el crecimiento durante aproximadamente 50 h. El gradiente de temperatura en el crisol en este momento fue 15 °C/cm y la velocidad de crecimiento del cristal fue aproximadamente 0,62 mm/h de media. El cristal obtenido finalmente midió 51,5 cm de diámetro y aproximadamente 31 mm de altura.

15 El análisis del monocristal de SiC obtenido por difracción de rayos X y difusión Raman confirmó el crecimiento de un lingote monocristal de SiC 4H: la investigación de la concentración de nitrógeno y de la concentración de boro del monocristal crecido por espectrometría de masas de iones secundarios dio los valores de $1,2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ y $4,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$, respectivamente. La resistividad del cristal crecido se midió mediante el método de la corriente eddy. El valor obtenido fue 0,022 Ω.cm.

20 A continuación, con el fin de evaluar la densidad de dislocaciones en el plano basal presente en el cristal crecido, se cortó un sustrato del lingote de monocristal crecido a un ángulo de 8° fuera del plano (0001) del Si y se pulió. La superficie del sustrato se decapó a continuación con KOH fundido a aproximadamente 530°C, y se observó la densidad de picaduras por decapado correspondiente a las dislocaciones en el plano basal con un microscopio. El valor medio obtenido para la superficie completa del sustrato fue $5,6 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$.

25 Además, se cortó un sustrato de SiC monocristalino (0001) de 51 mm de diámetro del SiC monocristalino anteriormente dicho y se pulió hasta quedar como un espejo. A la orientación de la superficie del sustrato se le dio un ángulo hacia fuera de 8° en la dirección (11-20) del plano (0001) del Si. El crecimiento epitaxial del SiC se realizó usando este sustrato de SiC monocristalino. Las condiciones de crecimiento de la película epitaxial de SiC fueron: temperatura de crecimiento de 1550°C y caudales de silano (SiH₄), etileno (C₂H₄), nitrógeno (N₂) e hidrógeno (H₂) de $5,0 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$, $3,8 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$, $3,3 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$, y $1,7 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$, respectivamente. La presión de crecimiento fue 13 kPa. El tiempo de crecimiento fue 1,2 h, durante el cual la película creció hasta un espesor de aproximadamente 8 μm.

35 Tras el crecimiento de la película epitaxial, la morfología de la superficie de la película epitaxial obtenida se examinó con un microscopio óptico Nomarski. La observación mostró que había crecido una película epitaxial de SiC, la cual estaba muy plana sobre la superficie completa del sustrato y tenía una excelente morfología superficial con pocas picaduras u otros defectos superficiales.

40 Además, similarmente se cortó un sustrato de SiC monocristalino del SiC monocristalino anteriormente dicho para que tuviera un ángulo de 0° fuera del plano (0001) del Si y se pulió hasta quedar como un espejo, tras lo cual se hizo crecer epitaxialmente una película de GaN sobre el mismo mediante el procedimiento de deposición química de un compuesto orgánico metálico en fase de vapor (MOCVD) en condiciones de crecimiento de una temperatura de crecimiento de 1050°C y caudales de trimetil galio (TMG), amoníaco (NH₃) y silano (SiH₄) de $54 \times 10^{-6} \text{ mol}/\text{min}$, 4 litros/min, y $22 \times 10^{-11} \text{ mol}/\text{min}$, respectivamente. El tiempo de crecimiento fue 20 min y se hizo crecer una película de GaN tipo n hasta un espesor de 1 μm.

45 Con el fin de verificar el estado de la superficie de la película de GaN obtenida, la superficie crecida se observó con un microscopio óptico Nomarski. Se encontró que se obtuvo una superficie muy plana por toda la superficie del sustrato y que se formó una película de GaN de alta calidad.

50 Finalmente, la oblea homoepitaxial de SiC preparada previamente se usó para fabricar diodos de barrera Schottky (SBDs). Como material electrodico Schottky se usó titanio y como material de contacto óhmico trasero níquel. Los electrodos midieron 1,2 mm de diámetro y se formó la estructura terminal alrededor de los electrodos Schottky implantando iones de aluminio. Se fabricaron un total de 256 SBDs por toda la superficie de la oblea de 51 mm de diámetro y se midió la tensión de ruptura de cada dispositivo. Puesto que el espesor y la densidad de dopaje de la película epitaxial de SiC producida en este ejemplo fueron alrededor de 8 μm y $8 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$, el rendimiento del dispositivo se calculó basado en un dispositivo aceptable que se define como uno que tiene una tensión de ruptura que supera los 600 V. Con la oblea homoepitaxial de SiC de este ejemplo se obtuvo un rendimiento del dispositivo de 82%. Cuando se tiene en cuenta la degradación de la propiedad provocada por el procedimiento de fabricación del dispositivo (degradación del dispositivo por contaminación con polvo y hechos similares), puede considerarse que no hubo sustancialmente ninguna degradación de la propiedad atribuible a la calidad de la película epitaxial en sí misma. La tensión media en estado ON (encendido) de los SBDs fue 1,55 V.

Ejemplo 2

Se expondrá un ejemplo de un caso en el cual se añadió aluminio como la impureza del tipo aceptante

En primer lugar, se preparó el cristal semilla 1 cortando un sustrato de 50 mm de diámetro y 1 mm de espesor con un ángulo de 4° hacia fuera del plano (0001), de un lingote de SiC monocristalino hecho crecer previamente. El cristal semilla 1 se usó a continuación para realizar el crecimiento del cristal durante 50 h por el mismo procedimiento que en el ejemplo 1. Sin embargo, en este ejemplo, se colocó Al_4C_3 en polvo, un material sólido de aluminio, en un recipiente de grafito semejante a una cápsula y luego se añadió al polvo de cristal de SiC materia prima. La relación de mezclado del polvo de Al_4C_3 con el polvo de cristal SiC fue, en % en masa, 35,7%. El cristal obtenido midió 51,5 mm de diámetro y se hizo crecer hasta una altura de aproximadamente 30 mm a una velocidad media de crecimiento del cristal de aproximadamente 0,60 mm/h.

El análisis del monocristal de SiC así obtenido por difracción de rayos X y difusión Raman confirmó el crecimiento de un lingote monocristalino de SiC 4H. La medida de las concentraciones de nitrógeno y de aluminio del monocristal por espectrometría de masas de iones secundarios dio los valores de $1,1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ y $2,2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$, respectivamente. La resistividad del cristal crecido se midió por el método de la corriente eddy. El valor obtenido fue 0,020 $\Omega \cdot \text{cm}$.

A continuación, con el fin de evaluar la densidad de dislocaciones en el plano basal presente en el cristal crecido, se cortó un sustrato del lingote de monocristal crecido a un ángulo de 8° fuera del plano (0001) del Si y se pulió. La superficie del sustrato se decapó a continuación con KOH fundido a aproximadamente 530°C, y se observó la densidad de picaduras por decapado correspondiente a las dislocaciones en el plano basal con un microscopio. El valor medio obtenido para la superficie completa del sustrato fue $7,4 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$.

Además, se cortó un sustrato de SiC monocristalino (0001) de 51 mm de diámetro del SiC monocristalino anteriormente dicho y se pulió hasta quedar como un espejo. A la orientación de la superficie del sustrato se le dio un ángulo hacia fuera de 8° en la dirección (11-20) del plano (0001) del Si. El crecimiento epitaxial del SiC se realizó usando este sustrato de SiC monocristalino. Las condiciones de crecimiento de la película epitaxial de SiC fueron: temperatura de crecimiento de 1550°C y caudales de SiH_4 , C_2H_4 , N_2 e H_2 de $5,0 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$, $3,8 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$, $3,3 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$, y $1,7 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$, respectivamente. La presión de crecimiento fue 13 kPa. El tiempo de crecimiento fue 1,2 h, durante el cual la película creció hasta un espesor de aproximadamente 8 μm .

Tras el crecimiento de la película epitaxial, la morfología de la superficie de la película epitaxial obtenida se examinó con un microscopio óptico Nomarski. La observación mostró que se obtuvo una superficie lisa con pocas picaduras o defectos similares.

Además, similarmente se cortó un sustrato de SiC monocristalino del SiC monocristalino anteriormente dicho para que tuviera un ángulo de 0° fuera del plano (0001) del Si y se pulió hasta quedar como un espejo, tras lo cual se hizo crecer epitaxialmente una película de GaN sobre el mismo mediante el procedimiento MOCVD. Las condiciones de crecimiento fueron: temperatura de crecimiento de 1050°C y caudales de TMG, NH_3 y SiH_4 de $54 \times 10^{-6} \text{ mol}/\text{min}$, 4 litros/min, y $22 \times 10^{-11} \text{ mol}/\text{min}$, respectivamente. La presión de crecimiento fue la atmosférica. El tiempo de crecimiento fue 20 min y se hizo crecer una película de GaN tipo n hasta un espesor de aproximadamente 1 μm .

Con el fin de verificar el estado de la superficie de la película de GaN obtenida, la superficie crecida se observó con un microscopio óptico Nomarski. Se encontró que se formó una película epitaxial que tenía una buena morfología superficial con pocas picaduras o defectos semejantes.

Finalmente, la oblea homoepitaxial de SiC preparada previamente se usó para fabricar SBDs. Los materiales y tamaños de los electrodos Schottky y de los contactos óhmicos fueron todos los mismos que en el ejemplo 1. Se midieron las tensiones de ruptura de los 256 SBDs, definiéndose un dispositivo aceptable como el que tenía una tensión de ruptura que superaba los 600 V. Con la oblea homoepitaxial de SiC de este ejemplo se obtuvo un rendimiento del dispositivo de 79%. La tensión media en estado ON (encendido) de los SBDs fue 1,52 V.

Ejemplo 3

Se expondrá un ejemplo en el cual se añaden boro y nitrógeno en mayores cantidades que en el ejemplo 1.

En primer lugar, se preparó el cristal semilla 1 cortando un sustrato de 50 mm de diámetro y 1 mm de espesor con un ángulo de 4° hacia fuera del plano (0001), de un lingote de SiC monocristalino hecho crecer previamente. El cristal semilla 1 se usó a continuación para realizar el crecimiento del cristal durante 50 h por el mismo procedimiento que en el ejemplo 1. Sin embargo, en este ejemplo, la relación de mezclado del polvo de B_4C fue, en % en masa, 2%. Por otra parte, el crecimiento del cristal se llevó a cabo con gas Ar que contenía nitrógeno al 40%, en tanto por ciento en volumen, pasado como el gas atmósfera. El cristal obtenido midió 51,5 mm de diámetro y se hizo crecer hasta una altura de aproximadamente 27 mm a una velocidad media de crecimiento del cristal de aproximadamente 0,54 mm/h.

El análisis del monocristal de SiC así obtenido por difracción de rayos X y difusión Raman confirmó el crecimiento de

un lingote monocristalino de SiC 4H. La medida de las concentraciones de nitrógeno y de boro del monocristal por espectrometría de masas de iones secundarios dio los valores de $2,7 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ y $1,5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, respectivamente. La resistividad del cristal crecido se midió por el método de la corriente eddy. El valor obtenido fue $0,015 \Omega \cdot \text{cm}$.

5 A continuación, con el fin de evaluar la densidad de dislocaciones en el plano basal presente en el cristal crecido, se cortó un sustrato del lingote de monocristal crecido a un ángulo de 8° fuera del plano (0001) del Si y se pulió. La superficie del sustrato se decapó a continuación con KOH fundido a aproximadamente 530°C , y se observó la densidad de picaduras por decapado correspondiente a las dislocaciones en el plano basal con un microscopio. El valor medio obtenido para la superficie completa del sustrato fue $2,3 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$.

10 Además, se cortó un sustrato de SiC monocristalino (0001) de 51 mm de diámetro del SiC monocristalino anteriormente dicho y se pulió hasta quedar como un espejo. A la orientación de la superficie del sustrato se le dio un ángulo hacia fuera de 8° en la dirección (11-20) del plano (0001) del Si. El crecimiento epitaxial del SiC se realizó usando este sustrato de SiC monocristalino. Las condiciones de crecimiento de la película epitaxial de SiC fueron: temperatura de crecimiento de 1550°C y caudales de SiH_4 , C_2H_4 , N_2 e H_2 de $5,0 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$, $3,8 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$, $3,3 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$, y $1,7 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$, respectivamente. La presión de crecimiento fue 13 kPa. El tiempo de crecimiento fue 1,2 h, durante el cual la película creció hasta un espesor de aproximadamente 8 μm .

Tras el crecimiento de la película epitaxial, la morfología de la superficie de la película epitaxial obtenida se examinó con un microscopio óptico Nomarski. Se confirmó la formación de una superficie lisa por todo el sustrato.

20 Además, similarmente se cortó un sustrato de SiC monocristalino del SiC monocristalino anteriormente dicho para que tuviera un ángulo de 0° fuera del plano (0001) del Si y se pulió hasta quedar como un espejo, tras lo cual se hizo crecer epitaxialmente una película de GaN sobre el mismo mediante el procedimiento MOCVD. Las condiciones de crecimiento fueron: temperatura de crecimiento de 1050°C y caudales de TMG, NH_3 y SiH_4 de $54 \times 10^{-6} \text{ mol/min}$, 4 litros/min, y $22 \times 10^{-11} \text{ mol/min}$, respectivamente. La presión de crecimiento fue la atmosférica. El tiempo de crecimiento fue 20 min y se hizo crecer una película de GaN tipo n hasta un espesor de aproximadamente 1 μm .

25 Con el fin de verificar el estado de la superficie de la película de GaN obtenida, la superficie crecida se observó con un microscopio óptico Nomarski. Se encontró que se formó una película epitaxial que exhibía una morfología superficial lisa. Finalmente, la oblea homoepitaxial de SiC preparada previamente se usó para ensayar-fabricar SBDs. Los materiales y tamaños de los electrodos Schottky y de los contactos óhmicos fueron todos los mismos que en el ejemplo 1. Se midieron las tensiones de ruptura de los 256 SBDs, definiéndose un dispositivo aceptable como el que tenía una tensión de ruptura que superaba los 600 V. Con la oblea homoepitaxial de SiC de este ejemplo se obtuvo un rendimiento del dispositivo de 89%. La tensión media en estado ON (encendido) de los SBDs fue 1,52 V.

Ejemplo comparativo 1

Como un ejemplo comparativo se describirá un experimento de crecimiento usando polvo materia prima a cuyo polvo de cristal de SiC no se le añadió deliberadamente nada de polvo de B_4C .

35 En primer lugar, se preparó el cristal semilla 1 cortando un sustrato de 50 mm de diámetro y 1 mm de espesor con un ángulo de 4° hacia fuera del plano (0001), de un lingote de SiC monocristalino hecho crecer previamente. El cristal semilla 1 se usó a continuación para realizar el crecimiento del cristal durante 50 h por el mismo procedimiento que en los ejemplos. Sin embargo, en este ejemplo comparativo, como materia prima se usó cristal de SiC al que no se añadió absolutamente nada de B_4C . El cristal obtenido midió 51,5 mm de diámetro y se hizo crecer hasta una altura de aproximadamente 32 mm a una velocidad media de crecimiento del cristal de aproximadamente 40 0,64 mm/h.

El análisis del monocristal de SiC así obtenido por difracción de rayos X y difusión Raman confirmó el crecimiento de un lingote monocristalino de SiC 4H. La medida de las concentraciones de nitrógeno y de boro del monocristal por espectrometría de masas de iones secundarios dio los valores de $1,2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ y $1,3 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$, respectivamente. La resistividad del cristal crecido se midió por el método de la corriente eddy. El valor obtenido fue $0,015 \Omega \cdot \text{cm}$.

45 A continuación, con el fin de evaluar la densidad de dislocaciones en el plano basal presente en el cristal crecido, se cortó un sustrato del lingote de monocristal crecido a un ángulo de 8° fuera del plano (0001) del Si y se pulió. La superficie del sustrato se decapó a continuación con KOH fundido a aproximadamente 530°C , y se observó la densidad de picaduras por decapado correspondiente a las dislocaciones en el plano basal con un microscopio. El valor medio obtenido para la superficie completa del sustrato fue $1,4 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$.

50 Además, se cortó un sustrato de SiC monocristalino (0001) de 51 mm de diámetro del SiC monocristalino anteriormente dicho y se pulió hasta quedar como un espejo. A la orientación de la superficie del sustrato se le dio un ángulo hacia fuera de 8° en la dirección (11-20) del plano (0001) del Si. El crecimiento epitaxial del SiC se realizó usando este sustrato de SiC monocristalino. Las condiciones de crecimiento de la película epitaxial de SiC fueron: temperatura de crecimiento de 1550°C y caudales de SiH_4 , C_2H_4 , N_2 e H_2 de $5,0 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$, $3,8 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$, $3,3 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$, y $1,7 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$, respectivamente. La presión de crecimiento fue 13 kPa. El tiempo de crecimiento fue 1,2 h, durante el cual la película creció hasta un espesor de aproximadamente 8 μm .

Tras el crecimiento de la película epitaxial, la morfología de la superficie de la película epitaxial obtenida se examinó con un microscopio óptico Nomarski. En algunas regiones se observaron defectos superficiales (picaduras) que se pensó fueron causadas por defectos por dislocaciones.

5 Además, similarmente se cortó un sustrato de SiC monocristalino del SiC monocristalino anteriormente dicho para que tuviera un ángulo de 0° fuera del plano (0001) del Si y se pulió hasta quedar como un espejo, tras lo cual se hizo crecer epitaxialmente una película de GaN sobre el mismo mediante el procedimiento MOCVD. Las condiciones de crecimiento fueron: temperatura de crecimiento de 1050°C y caudales de TMG, NH_3 y SiH_4 de 54×10^{-6} mol/min, 4 litros/min, y 22×10^{-11} mol/min, respectivamente. La presión de crecimiento fue la atmosférica. El tiempo de crecimiento fue 20 min y se hizo crecer una película de GaN tipo n hasta un espesor de aproximadamente $1 \mu\text{m}$.

10 Con el fin de verificar el estado de la superficie de la película de GaN obtenida, la superficie crecida se observó con un microscopio óptico Nomarski y se encontró que exhibía una morfología superficial algo rugosa.

15 Finalmente, la oblea homoepitaxial de SiC preparada previamente se usó para ensayar-fabricar SBDs. Los materiales y tamaños de los electrodos Schottky y de los contactos óhmicos fueron todos los mismos que en el ejemplo 1. Se midieron las tensiones de ruptura de los 256 SBDs, definiéndose un dispositivo aceptable como el que tenía una tensión de ruptura que superaba los 600 V. Con la oblea homoepitaxial de SiC de este ejemplo comparativo se obtuvo un rendimiento del dispositivo de 51%. Los dispositivos que sostuvieron la degradación de la tensión de ruptura incluían muchas regiones en las que se observaron picaduras y defectos semejantes sobre la superficie epitaxial. La tensión media en estado ON (encendido) de los SBDs fue 1,49 V.

Ejemplo comparativo 2

20 Como un ejemplo comparativo se describirá un experimento de crecimiento en el cual la diferencia de concentraciones entre la impureza del tipo donante y la del tipo aceptante fue pequeña. En primer lugar, se preparó el cristal semilla 1 cortando un sustrato de 50 mm de diámetro y 1 mm de espesor con un ángulo de 4° hacia fuera del plano (0001), de un lingote de SiC monocristalino hecho crecer previamente. El cristal semilla 1 se usó a continuación para realizar el crecimiento del cristal durante 50 h por el mismo procedimiento que en el ejemplo 1. Sin embargo, en este ejemplo comparativo, el crecimiento del cristal se llevó a cabo con gas Ar que contenía nitrógeno al 5%, en tanto por ciento en volumen, pasado como el gas atmósfera. El cristal obtenido midió 51,5 mm de diámetro y se hizo crecer hasta una altura de aproximadamente 33 mm a una velocidad media de crecimiento del cristal de aproximadamente $0,66 \text{ mm/h}$.

30 El análisis del monocristal de SiC así obtenido por difracción de rayos X y difusión Raman confirmó el crecimiento de un lingote monocristalino de SiC 4H. La medida de las concentraciones de nitrógeno y de boro del monocristal por espectrometría de masas de iones secundarios dio los valores de $4,5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ y $3,8 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$, respectivamente. La resistividad del cristal crecido se midió por el método de la corriente eddy. El valor obtenido fue $0,25 \Omega\text{cm}$.

35 A continuación, con el fin de evaluar la densidad de dislocaciones en el plano basal presente en el cristal hecho crecer, se cortó un sustrato del lingote de monocristal crecido a un ángulo de 8° fuera del plano (0001) del Si y se pulió. La superficie del sustrato se decapó a continuación con KOH fundido a aproximadamente 530°C , y se observó la densidad de picaduras por decapado correspondiente a las dislocaciones en el plano basal con un microscopio. El valor medio obtenido para la superficie completa del sustrato fue $7,2 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$.

40 Además, se cortó un sustrato de SiC monocristalino (0001) de 51 mm de diámetro del SiC monocristalino anteriormente dicho y se pulió hasta quedar como un espejo. A la orientación de la superficie del sustrato se le dio un ángulo hacia fuera de 8° en la dirección (11-20) del plano (0001) del Si. El crecimiento epitaxial del SiC se realizó usando este sustrato de SiC monocristalino. Las condiciones de crecimiento de la película epitaxial de SiC fueron: temperatura de crecimiento de 1550°C y caudales de SiH_4 , C_2H_4 , N_2 e H_2 de $5,0 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$, $3,8 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$, $3,3 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$, y $1,7 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$, respectivamente. La presión de crecimiento fue 13 kPa. El tiempo de crecimiento fue 1,2 h, durante el cual la película creció hasta un espesor de aproximadamente $8 \mu\text{m}$.

45 Tras el crecimiento de la película epitaxial, la morfología de la superficie de la película epitaxial obtenida se examinó con un microscopio óptico Nomarski. No se observó ningún defecto superficial por defectos por dislocaciones.

50 Además, similarmente se cortó un sustrato de SiC monocristalino del SiC monocristalino anteriormente dicho para que tuviera un ángulo de 0° fuera del plano (0001) del Si y se pulió hasta quedar como un espejo, tras lo cual se hizo crecer epitaxialmente una película de GaN sobre el mismo mediante el procedimiento MOCVD. Las condiciones de crecimiento fueron: temperatura de crecimiento de 1050°C y caudales de TMG, NH_3 y SiH_4 de 54×10^{-6} mol/min, 4 litros/min, y 22×10^{-11} mol/min, respectivamente. La presión de crecimiento fue la atmosférica. El tiempo de crecimiento fue 20 min y se hizo crecer una película de GaN tipo n hasta un espesor de aproximadamente $1 \mu\text{m}$.

55 Con el fin de verificar el estado de la superficie de la película de GaN obtenida, la superficie crecida se observó con un microscopio óptico Nomarski y se encontró que exhibía una morfología superficial lisa con pocas picaduras o defectos semejantes.

Finalmente, la oblea homoepitaxial de SiC preparada previamente se usó para ensayar-fabricar SBDs. Los

5 materiales y tamaños de los electrodos Schottky y de los contactos óhmicos fueron todos los mismos que en el ejemplo 1. Se midieron las tensiones de ruptura de los 256 SBDs, definiéndose un dispositivo aceptable como el que tenía una tensión de ruptura que superaba los 600 V. Aunque con la oblea homoepitaxial de SiC de este ejemplo comparativo se obtuvo un rendimiento del dispositivo de 82%, los SBDs tuvieron una tensión en estado ON (encendido) de 2,45 V, aproximadamente 1 V mayor que las de los fabricados en el ejemplo 1, y no eran apropiados para diodos de potencia.

Aplicabilidad industrial

10 La presente invención hace que sea posible obtener SiC monocristalino de buena calidad con pocos defectos por dislocaciones con buena reproducibilidad. Su efecto llega a ser particularmente pronunciado con el aumento del diámetro del lingote. El uso de sustratos y obleas epitaxiales cortados de tal SiC monocristalino permite la fabricación de dispositivos electrónicos de alta frecuencia y alta tensión de ruptura, de excelentes propiedades eléctricas, y dispositivos que emiten luz azul, de excelentes propiedades ópticas

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un lingote de carburo de silicio monocristalino, que comprende carburo de silicio monocristalino que contiene una impureza del tipo donante en una concentración de $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $6 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ y una impureza del tipo aceptante en una concentración de $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $5,99 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ y donde la concentración de la impureza del tipo donante es mayor que la concentración de la impureza del tipo aceptante y la diferencia es $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $5,99 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$.
2. Un lingote de carburo de silicio monocristalino según la reivindicación 1, donde la diferencia entre la concentración de la impureza del tipo donante y la concentración de la impureza del tipo aceptante es $6 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ a $5,99 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$.
- 10 3. Un lingote de carburo de silicio monocristalino según la reivindicación 1 ó 2, donde el politipo cristalino del carburo de silicio monocristalino es 4H.
4. Un lingote de carburo de silicio monocristalino según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde la impureza del tipo donante es nitrógeno.
- 15 5. Un lingote de carburo de silicio monocristalino según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde la impureza del tipo aceptante es boro.
6. Un lingote de carburo de silicio monocristalino según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde la impureza del tipo aceptante es aluminio.
7. Un lingote de carburo de silicio monocristalino según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, donde el diámetro del lingote es 50 mm a 300 mm.
- 20 8. Un lingote de carburo de silicio monocristalino según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, donde la densidad de picaduras por decapado causada por dislocaciones en el plano basal medida en un sustrato de carburo de silicio monocristalino cortado del lingote a un ángulo de 8° fuera del plano (0001) del Si y pulido es $1 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ o menos.
- 25 9. Un lingote de carburo de silicio monocristalino según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, donde la densidad de picaduras por decapado causada por dislocaciones en el plano basal medida en un sustrato de carburo de silicio monocristalino cortado del lingote a un ángulo de 8° fuera del plano (0001) del Si y pulido es $5 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$ o menos.
10. Un sustrato de carburo de silicio monocristalino, cortado de un lingote de carburo de silicio monocristalino según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 y pulido.
- 30 11. Una oblea epitaxial de carburo de silicio, obtenida haciendo crecer epitaxialmente una película de carburo de silicio sobre el sustrato de carburo de silicio monocristalino según la reivindicación 10.
12. Una oblea epitaxial de carburo de silicio, obtenida haciendo crecer epitaxialmente nitruro de galio, nitruro de aluminio, nitruro de indio o uno de sus cristales mixtos sobre el sustrato de carburo de silicio monocristalino según la reivindicación 10.

35

Fig.1

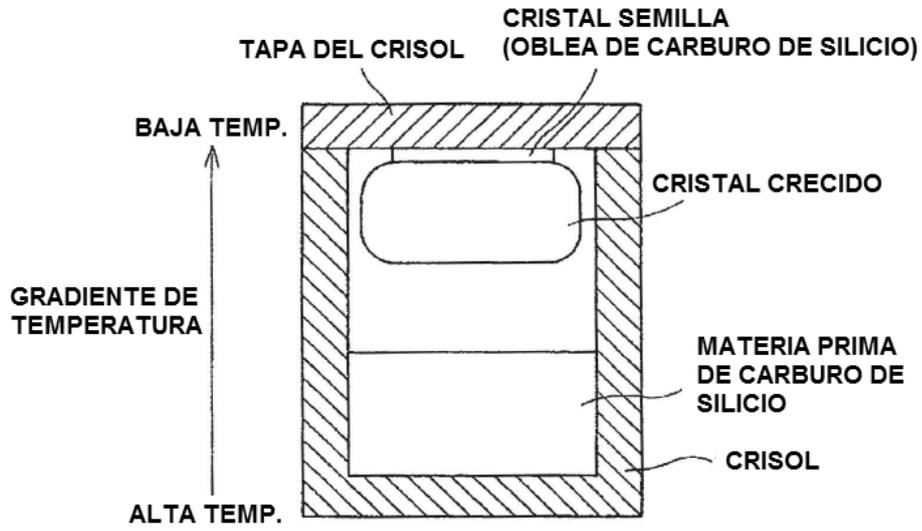


Fig.2

